

0010500162

WPI Acc no: 2001-101053/200111

XRAM Acc no: C2001-029320

XRPX Acc No: N2001-074947

**Method for producing composite material on the nbti alloy**

Patent Assignee: INORGANIC MATERIALS RES INST (INOR-R)

Inventor: BELYAEV V S; GUBKIN I N; PLASHKIN EH I; SALUNIN N I; VEDERNIKOV G P

Patent Family ( 1 patents, 1 countries )

Patent Number	Kind	Date	Application Number	Kind	Date	Update	Type
RU 2157012	C1	20000927	RU 1999103129	A	19990216	200111	B

Priority Applications (no., kind, date): RU 1999103129 A 19990216

**Patent Details**

Patent Number	Kind	Lan	Pgs	Draw	Filing Notes
RU 2157012	C1	RU	0	1	

**Alerting Abstract RU C1**

NOVELTY - Method involves molding primary composite billet having external coating from stabilizing material and axial cylindrical block from NbTi alloy. The primary composite billet is extruded and deformed to produce hexahedral bar. The hexahedral bar is cut to produce measured length bars that are packed into envelopes from stabilizing material and subjected to extrusion for producing secondary composite billet, and deformed with intermediate heat treatments at 370 to 400 C to obtain the final size of the wire. Composite billet extrusion is carried out at a temperature not exceeding 400 C.

USE - Electrical engineering.

ADVANTAGE - Increased critical current density in medium and high intensity magnetic fields.

**Title Terms /Index Terms/Additional Words:** METHOD; PRODUCE; COMPOSITE; MATERIAL; ALLOY

**Class Codes**

International Patent Classification

IPC	Class	Level	Scope	Position	Status	Version	Date
H01B-0012/00	A		I		R	20060101	
H01B-0012/00	C		I		R	20060101	

File Segment: CPI; EPI

DWPI Class: L03; X12

Manual Codes (EPI/S-X): X12-D06A

Manual Codes (CPI/A-N): L03-B02A4



(19) RU<sup>(11)</sup> 2 157 012<sup>(13)</sup> C1  
(51) МПК<sup>7</sup> H 01 B 12/00

РОССИЙСКОЕ АГЕНТСТВО  
ПО ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

## (12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

(21), (22) Заявка: 99103129/09, 16.02.1999

(24) Дата начала действия патента: 16.02.1999

(46) Дата публикации: 27.09.2000

(56) Ссылки: Металлургия сверхпроводящих материалов / Под ред. Т.Люмана и др. - М.: Металлургия, 1984, стр.87. RU 2122253 C1, 20.11.1998. RU 2069399 C1, 21.11.1996. US 5001020 A, 19.03.1991.

(98) Адрес для переписки:  
123060, Москва, а/я 369, ГНУ РФ ВНИИНМ, ЛПИ

(71) Заявитель:

Государственный Научный Центр Российской Федерации Всероссийский научно-исследовательский институт неорганических материалов им. академика А.А. Бочвара

(72) Изобретатель: Салунин Н.И.,

Губкин И.Н., Ведерников Г.П., Беляев В.С., Плашкин Э.И.

(73) Патентообладатель:

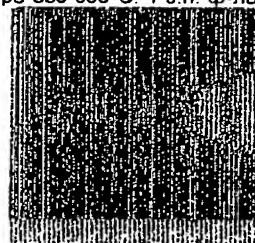
Государственный Научный Центр Российской Федерации Всероссийский научно-исследовательский институт неорганических материалов им. академика А.А. Бочвара

### (54) СПОСОБ ИЗГОТОВЛЕНИЯ КОМПОЗИТНОГО СВЕРХПРОВОДНИКА НА ОСНОВЕ NbTi СПЛАВА

(57) Реферат:

Изобретение относится к области электротехники и может быть использовано в устройствах, преимущественно предназначенных для работы в магнитных полях выше 5 Тл при высоких плотностях тока и низких гистерезисных потерях. Согласно изобретению способ изготовления композитного сверхпроводника на основе NbTi сплава, включающий операции формирования первичной композитной заготовки, содержащей наружную оболочку из стабилизирующего материала и осевой цилиндрический блок из NbTi сплава, экструзию и деформирование первичной композитной заготовки до получения шестигранного прутка, резку шестигранного прутка на мерные длины, сборку в чехлы из стабилизирующего материала, экструзию вторичной композитной заготовки и деформирование с промежуточными термообработками, выполняемыми при температуре от 370 до 400°C, до конечного

размера провода, характерен тем, что экструзию композитных заготовок проводят при температуре не более 400°C. Технический результат предложенного способа изготовления композитного сверхпроводника на основе NbTi сплава заключается в увеличении плотности критического тока в средних и высоких магнитных полях в среднем на 3-5% по сравнению со свойствами проводника, полученного с использованием экструзии при температуре 550-600°C. 1 з.п. ф-лы, 3 ил.



RU 2 157 012 C1

RU 2 157 012 C1



(19) **RU** <sup>(11)</sup> **2 157 012** <sup>(13)</sup> **C1**  
 (51) Int. Cl.<sup>7</sup> **H 01 B 12/00**

RUSSIAN AGENCY  
FOR PATENTS AND TRADEMARKS

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21), (22) Application: 99103129/09, 16.02.1999  
 (24) Effective date for property rights: 16.02.1999  
 (46) Date of publication: 27.09.2000  
 (98) Mail address:  
 123060, Moskva, a/ja 369, GNU RF VNIINM, LPI

(71) Applicant:  
 Gosudarstvennyj Nauchnyj Tsentr Rossijskoj  
 Federatsii Vserossijskij  
 nauchno-issledovatel'skij institut  
 neorganicheskikh materialov im. akademika  
 A.A. Bochvara

(72) Inventor: Salunin N.I.,  
 Gubkin I.N., Vedernikov G.P., Beljaev  
 V.S., Plashkin Eh.I.

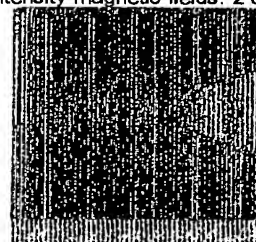
(73) Proprietor:  
 Gosudarstvennyj Nauchnyj Tsentr Rossijskoj  
 Federatsii Vserossijskij  
 nauchno-issledovatel'skij institut  
 neorganicheskikh materialov im. akademika  
 A.A. Bochvara

(54) **METHOD FOR PRODUCING COMPOSITE MATERIAL ON THE NbTi ALLOY**

(57) Abstract:

FIELD: electrical engineering. SUBSTANCE: method involves molding primary composite billet having external coating from stabilizing material and axial cylindrical block from NbTi alloy. The primary composite billet is extruded and deformed to produce hexahedral bar. The hexahedral bar is cut to produce measured length bars that are packed into envelopes from stabilizing material and subjected to extrusion for producing secondary composite billet, and deformed with intermediate heat treatments at 370 to 400 C to obtain the final size of the wire.

Composite billet extrusion is carried out at a temperature not exceeding 400 C. EFFECT: increased critical current density in medium and high intensity magnetic fields. 2 cl, 3 dwg



RU 2 157 012 C1

RU 2 157 012 C1

Изобретение относится к области электротехники и может быть использовано в устройствах, преимущественно предназначенных для работы в магнитных полях выше 5 Тл при высоких плотностях тока и низких гистерезисных потерях.

Известен способ получения композитного стабилизированного сверхпроводника на основе NbTi сплава, включающий операции формирования первичной композитной заготовки, содержащей наружную оболочку из стабилизирующего материала и осевой цилиндрический блок из NbTi сплава, экструзию и деформирование первичной композитной заготовки до получения шестигранного прутка, резку шестигранного прутка на мерные длины, повторную операцию сборки в чехлы из стабилизирующего материала, экструзию вторичной композитной заготовки и деформирование с промежуточными термообработками, выполняемые при температуре от 370 до 400°C, до конечного размера провода, характерный тем, что процесс экструзии введен для обеспечения металлургической связи между элементами /1/.

Полученный путем экструзии композитный прутки обладает высокой плотностью упаковки и хорошей металлургической связью между элементами. Процесс экструзии составной заготовки является основным способом получения многокомпонентного прутка (от нескольких десятков элементов до нескольких тысяч). Основными преимуществами экструзии являются: создание радиального поля напряжений в процессе уменьшения площади поперечного сечения; однородность пластического течения; значительное уменьшение площади поперечного сечения. Однако, для обеспечения целостности как отдельных волокон, так и всего проводника, экструзия составных заготовок может производиться в определенном температурном интервале.

Выбираемая температура экструзии является очень важным параметром. В литературе приводятся параметры от 510 до 670°C. Верхняя граница температуры предварительного нагрева в основном определяется протеканием химической реакции с образованием хрупкого интерметаллического соединения Ti<sub>2</sub>O, что приводит вначале к обрыву отдельного волокна, а затем может привести к обрыву или группы соседних волокон, или проводника в целом. Нижняя граница определяется сопротивлением деформации сплава NbTi и тем фактом, что при температуре менее 600°C в о. ц.к. решетке NbTi проявляется тенденция к выделению α -Ti и упрочнению. Кроме того, считается, что если сцепление меди с NbTi происходит в процессе экструзии, то температуры менее 600°C нежелательны.

Известен способ изготовления композитного сверхпроводника на основе NbTi сплава, выбранный в качестве прототипа /2/, включающий операции формирования первичной композитной заготовки, содержащей наружную оболочку из стабилизирующего материала и осевой цилиндрический блок из NbTi сплава, экструзию и деформирование первичной композитной заготовки до получения

шестигранного прутка, резку шестигранного прутка на мерные длины, повторную операцию сборки в чехлы из стабилизирующего материала, экструзию вторичной композитной заготовки и деформирование с промежуточными термообработками, выполняемые при температуре от 370 до 400°C, до конечного размера провода, при этом температура для экструзии композитной заготовки определена в 600°C для высокониобиевых сплавов и сплавов промежуточного состава и 550°C для высокотитановых сплавов.

Предложенные режимы экструзии составных заготовок позволяют получать длинномерные многоволоконные провода диаметром менее 1 мм, а диаметр волокна при этом может составлять 10 мкм и менее. Однако, предложенные температурные режимы выдавливания вызывают в NbTi сплаве рекристаллизацию или возврат, которые связаны с изменением субструктуры и распределением дислокаций, что приводит к уменьшению плотности критического тока в конечном композите. Таким образом, необходимая холоднодеформированная структура может быть обеспечена только в процессе последнего передела от прессованного прутка последней составной заготовки до конечного размера провода, что часто оказывается недостаточным для обеспечения требуемых токовых свойств в средних и высоких магнитных полях.

Токонесущая способность любых сверхпроводников определяется пиннингом флюксоидов магнитного потока. Основными центрами пиннинга в NbTi проводах, изготовленных по классической технологии (в отличие от проводов с искусственными центрами пиннинга), служат α -Ti выделения, получаемые в ходе многостадийных низкотемпературных термообработок. Размеры и плотность α -Ti частиц являются основными факторами той или иной силы пиннинга магнитного потока. Чем меньше диаметр выделившихся частиц и выше их плотность, тем сильнее пиннинг магнитного потока и, соответственно, выше токонесущая способность провода.

Размер частиц α -Ti определяется микроструктурой холодной деформации, поэтому все используемые сплавы подвергаются холодной деформации для развития мелкомасштабной гетерогенной микроструктуры. Развитая структура микрополос скольжения, обеспечиваемая, как правило, волочением, - это структура с плотностью ячеек до  $4,9 \cdot 10^{11} \text{ см}^{-2}$ . Низкотемпературная термообработка такой холоднодеформированной структуры вызывает очень тонкие выделения α -Ti в стенках ячеек. Рост зародыша α -Ti происходит в объеме ячейки и ограничивается стенками ячейки. Плотность α -Ti выделений связана с плотностью дислокаций, которая в свою очередь зависит от степени холодной деформации. Таким образом, плотность выделений также определяется размером микрополос скольжения. Общее время термообработок вызывает в большей степени рост выделившейся фазы, нежели образование новых зародышей.

В условиях высокой степени холодной

деформации проводов плотность дислокаций очень высока и достигает значений более  $10^{12}$  мм<sup>2</sup>. В этих условиях происходит значительная взаимная аннигиляция дислокаций как по геометрическим причинам, так и вследствие процессов динамического возврата, инициируемых высокими плотностями точечных дефектов и дислокаций. Таким образом, на степень утонения микрополос могут влиять технологические параметры обработки, такие как скорость волочения, обжатие за проход, температура волочения, смазка. Уменьшение микрополос скольжения протекает вначале быстро и замедляется, когда вытяжка превышает  $-10^3$ , но при этом тенденция уменьшения микрополос с ростом степени деформации сохраняется. Т.е. при увеличении степени холодной деформации выше определенной величины можно добиться, пусть не столь большого, но все же заметного уменьшения размера микрополос, а следовательно, дополнительного увеличения плотности критического тока проводника.

Во время промежуточных термообработок на начальной стадии происходит упорядочивание дислокационной структуры и некоторый рост микрополос скольжения. На более поздней стадии появляются выделения  $\alpha$ -Ti, которые образуются в крайне насыщенных дислокациями стенках субзерен. Начало выделения  $\alpha$ -Ti зависит от степени холодной деформации, т.е. величина холодной деформации является решающим фактором в определении кинетики выделений. Таким образом, необходимую плотность выделений можно обеспечить за более короткое время.

Дополнительными, но весьма ограниченными возможностями увеличения холодной деформации обладает технологическая схема с использованием крупных заготовок, например, диаметром 250 или 300 мм, но включение в технологическую цепочку дополнительного оборудования, связанного с изготовлением чехлов, сборки массивных заготовок, вакуумирования, транспортировки, да и работа непосредственно самого гидравлического пресса с усилием не менее 6000 тс приводит к заметному удорожанию продукции и не всегда экономически целесообразна в условиях выпуска небольших партий провода.

Дополнительными, но тоже ограниченными возможностями увеличения холодной деформации обладает и другая технологическая схема, основанная на холодном наложении дополнительной медной оболочки на сформированный в процессе горячей экструзии композитный пруток, но такая схема применима для проводов с малым объемным содержанием сверхпроводника в медной матрице и оставляет много открытых технологических вопросов при изготовлении проводов с повышенным содержанием сплава.

Техническая задача настоящего изобретения заключается в обеспечении повышенной токонесущей способности композита за счет увеличения холодной деформации путем снижения температуры экструзии.

Поставленная задача решается так, что если в известном способе изготовления

композитного сверхпроводника на основе NbTi сплава, который включает операции формирования первичной композитной заготовки, содержащей наружную оболочку из стабилизирующего материала и осевой цилиндрический блок из NbTi сплава, экструзии и деформирования первичной композитной заготовки до получения шестигранного прутка, резки шестигранного прутка на мерные длины, повторной операции сборки в чехлы из стабилизирующего материала, экструзии и деформирования с промежуточными термообработками, выполняемые при температуре от 370 до 400 °C, до конечного размера провода, температура экструзии композитных заготовок составляет 550 - 600 °C, то в предлагаемом способе температура экструзии не выше температуры промежуточных отжигов, необходимых для выделения  $\alpha$ -фазы и которые не вызывают кардинального изменения холоднодеформированной структуры.

Проведенные структурные исследования волокон композитного прутка, полученного в ходе экструзии при пониженной температуре (380°C), дают основание полагать, что сплав в основном сохранил в процессе экструзии структуру холодной деформации. Структура волокон центральных и периферийных усредняется; так, например, микротвердость волокон центральных и периферийных практически не различается, в то время, как различия микротвердости в волокнах аналогичных проводов, полученных путем горячей экструзии, составляет от 16 до 26% в зависимости от скоростных условий выдавливания.

Критерием наличия металлургической связи между элементами композита, ее надежности может служить соотношение расчетных и реальных объемных долей меди и NbTi сплава. Опытные работы, проведенные по холодному наложению дополнительной медной оболочки на прессованный многоволоконный композит в медной оболочке показали, что постоянное соотношение объемных долей меди и сплава наблюдается уже после 50% совместной холодной деформации, что соответствует значению вытяжки 2. В случае холодного выдавливания составной заготовки на гидравлическом прессе, например, с усилием 1600 тс, при использовании контейнеров с диаметром рабочего отверстия, например, 95 или 130 мм можно обеспечить значение вытяжки примерно от 4 до 10 в зависимости от объемного содержания NbTi сплава.

Отсутствие раннего выпадения  $\alpha$ -Ti выделений в процессе холодного выдавливания обеспечивается гомогенностью NbTi сплава. Использование высококачественного высокоомогенного изначально рекристаллизованного сплава обеспечивает необходимую холодную вытяжку до получения готового размера провода в отсутствии отжигов для снятия напряжений.

В случае нагрева составной заготовки до температуры промежуточных отжигов время нагрева можно совместить непосредственно с одним из этапов стадии промежуточных термообработок.

Примеры конкретного выполнения  
На фиг. 1 представлен сверхпроводящий провод диаметром 0,7 мм, включающий 198

волокон, с объемной долей NbTi сплава в медной матрице 50% (СКНТ 0,7-198-0,5), процесс изготовления которого включал операцию формирования первичной композитной заготовки, содержащей медную наружную оболочку и осевой цилиндрический блок из NbTi сплава, экструзию и деформирование первичной композитной заготовки до получения шестигранного прутка, резку шестигранного прутка на мерные длины, сборку 198 шестигранных прутков в медный чехол, экструзию вторичной композитной заготовки при температуре 390 °С и деформирование с промежуточными термообработками до конечного размера провода.

На фиг. 2а и 2б представлены общий вид и фрагмент сверхпроводящего провода диаметром 0,85 мм, включающий 12684 волокна, с объемной долей NbTi сплава в медной матрице 43% (СКНТ 0,85-12684-0,43), процесс изготовления которого включал операцию формирования первичной композитной заготовки, содержащей медную наружную оболочку и осевой цилиндрический блок из NbTi сплава, экструзию и деформирование первичной композитной заготовки до получения шестигранного прутка, резку шестигранного прутка на мерные длины, сборку 151 шестигранного прутка в медный чехол, экструзию вторичной композитной заготовки при температуре 380 °С, деформирование вторичной композитной заготовки до получения шестигранного прутка, резку шестигранного прутка на мерные длины, сборку 84 шестигранных прутков в медный чехол, экструзию композитной заготовки при температуре 380 °С и деформирование с промежуточными термообработками до

конечного размера провода.

Технический результат предложенного способа изготовления композитного сверхпроводника на основе NbTi сплава заключается в увеличении плотности критического тока в средних и высоких магнитных полях в среднем на 3-5 %.

Источники информации

1. "Металловедение и технология сверхпроводящих материалов". Под ред. Фонера С., Шварца Б., США, 1981; Пер. с англ. М.: "Металлургия", 1987., стр. 233).

2. "Металлургия сверхпроводящих материалов". Под ред. Т. Люмана и Д. Дю-Хьюза. Пер. с англ. М.: "Металлургия", 1984, стр. 87 (прототип).

#### Формула изобретения:

1. Способ изготовления композитного сверхпроводника на основе NbTi сплава, включающий формирование первичной композитной заготовки, содержащей наружную оболочку из стабилизирующего материала и осевой цилиндрический блок из NbTi сплава, экструзию и деформирование первичной композитной заготовки до получения шестигранного прутка, резку шестигранного прутка на мерные длины, сборку в чехлы из стабилизирующего материала, экструзию вторичной композитной заготовки и деформирование с промежуточными термообработками, выполняемыми при температуре от 370 до 400 °С, до конечного размера провода, отличающийся тем, что экструзию композитных заготовок проводят при температуре не более 400 °С.

2. Способ по п.1, отличающийся тем, что экструзию композитных заготовок проводят при температуре промежуточных термообработок.

RU 2157012 C1

RU 2157012 C1



RU 2157012 C1

RU 2157012 C1